

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

THIS PAGE BLANK (USPTO)



PCT/FR 00/03275

| | |
|-------|-------------|
| REC'D | 15 JAN 2001 |
| WIPO | PCT |

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 13 OCT. 2000

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

DOCUMENT DE PRIORITE
PRÉSENTÉ OU TRANSMIS
CONFORMÉMENT À LA
RÈGLE 17.1.a) OU b)

| | |
|---|---|
| INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE | SIEGE 26 bis, rue de Saint Petersbourg 75800 PARIS Cedex 08 Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30 |
|---|---|

THIS PAGE BLANK (USPTO)



INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

BREVET INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

cerfa

N° 11354*01

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 W /260899

| | | | | |
|--|---|---|------------------------------------|--|
| Réservé à l'INPI | | | | |
| REMISE DES PIÈCES DATE 24 NOV 1999 LIEU 75 INPI PARIS | | 1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE CABINET BEAU DE LOMENIE 158, rue de l'Université 75340 PARIS CEDEX 07 | | |
| N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI 9914766 DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI 24 NOV. 1999 | | | | |
| Vos références pour ce dossier <i>(facultatif)</i> H11685/609-JJJ | | | | |
| Confirmation d'un dépôt par télécopie | | <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie | | |
| 2 NATURE DE LA DEMANDE | | Cochez l'une des 4 cases suivantes | | |
| <input checked="" type="checkbox"/> Demande de brevet | | <input checked="" type="checkbox"/> | | |
| <input type="checkbox"/> Demande de certificat d'utilité | | <input type="checkbox"/> | | |
| <input type="checkbox"/> Demande divisionnaire | | <input type="checkbox"/> | | |
| <i>Demande de brevet initiale</i> <i>ou demande de certificat d'utilité initiale</i> | | N° N° | Date / / Date / / | |
| Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i> | | <input type="checkbox"/> N° | Date / / | |
| 3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) "Procédé de fabrication d'un bol en matériau composite thermostructural, notamment pour une installation de production de silicium monocristallin" | | | | |
| 4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE | | Pays ou organisation Date / / N° Pays ou organisation Date / / N° Pays ou organisation Date / / N° <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé « Suite » | | |
| 5 DEMANDEUR | | <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé « Suite » | | |
| Nom ou dénomination sociale | | SOCIETE NATIONALE D'ETUDE ET DE CONSTRUCTION DE MOTEURS D'AVIATION "S.N.E.C.M.A." | | |
| Prénoms | | | | |
| Forme juridique | | Société Anonyme | | |
| N° SIREN | | | | |
| Code APE-NAF | | | | |
| Adresse | Rue Code postal et ville | 2, boulevard du Général Martial Valin 75015 PARIS | | |
| | | | | |
| Pays | | France | | |
| Nationalité | | Française | | |
| N° de téléphone (facultatif) | | | | |
| N° de télécopie (facultatif) | | | | |
| Adresse électronique (facultatif) | | | | |

**BREVET D'INVENTION
CERTIFICAT D'UTILITÉ**

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

| | | | |
|--|----------------------|---|--|
| REMISE DES PIÈCES | | Réservé à l'INPI | |
| DATE | 24 NOV 1999 | | |
| LIEU | 75 INPI PARIS | | |
| N° D'ENREGISTREMENT | | | |
| NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI | 0014766 | | |
| DB 540 W /260899 | | | |
| Vos références pour ce dossier : (facultatif) | | H11685/609-JJJ | |
| 6 MANDATAIRE | | | |
| Nom | | | |
| Prénom | | | |
| Cabinet ou Société | | CABINET BEAU DE LOMENIE | |
| N °de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel | | | |
| Adresse | Rue | 158, rue de l'Université | |
| | Code postal et ville | 75340 | PARIS CEDEX 07 |
| N° de téléphone (facultatif) | | 01.33.44.18.89.00 | |
| N° de télécopie (facultatif) | | 01.33.44.18.04.23 | |
| Adresse électronique (facultatif) | | | |
| 7 INVENTEUR (S) | | | |
| Les inventeurs sont les demandeurs | | <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée | |
| 8 RAPPORT DE RECHERCHE | | Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation) | |
| Établissement immédiat ou établissement différé | | <input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> | |
| Paiement échelonné de la redevance | | Paiement en trois versements, uniquement pour les personnes physiques | |
| | | <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non | |
| 9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES | | Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requise pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Requise antérieurement à ce dépôt (joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence) : | |
| Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes | | | |
| 10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) | | Jean-Jacques JOLY CPI n° 92-1123 | VISA DE LA PRÉFECTURE DU DE L'INPI  |

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1 / 2

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W. 250899

| | | | |
|--|----------------------|--|----------------------------|
| Vos références pour ce dossier (facultatif) | H11685/609-JJJ | | |
| N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL | 9914766 | | |
| TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) | | | |
| <p>"Procédé de fabrication d'un bol en matériau composite thermostructural, notamment pour une installation de production de silicium monocristallin"</p> | | | |
| <p>(S) DEMANDEUR(S) : SOCIETE NATIONALE D'ETUDE ET DE CONSTRUCTION DE MOTEURS D'AVIATION "S.N.E.C.M.A."</p> | | | |
| <p>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).</p> | | | |
| Nom | | GEORGES | |
| Prénoms | | Jean-Michel | |
| Adresse | Rue | 96, rue des Linas | |
| | Code postal et ville | 33290 | BLANQUEFORT France |
| Société d'appartenance (facultatif) | | | |
| Nom | | BENETHUILIERE | |
| Prénoms | | Daniel | |
| Adresse | Rue | 16, allée de Bauniné | |
| | Code postal et ville | 33160 | ST MEDARD EN JALLES France |
| Société d'appartenance (facultatif) | | | |
| Nom | | THEBAULT | |
| Prénoms | | Jacques | |
| Adresse | Rue | 100, rue Etchenique | |
| | Code postal et ville | 33200 | BORDEAUX France |
| Société d'appartenance (facultatif) | | | |
| DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) | | Jean-Jacques JOLY - CPI n° 92-1123 Paris, le 24 novembre 1999 CABINET BEAU DE LOMENIE  | |

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 2 . / 2 .

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W /260899

| | | | | |
|--|----------------------|---|----------|--------|
| Vos références pour ce dossier (facultatif) | | H11685/609-JJJ | | |
| N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL | | | | |
| TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) "Procédé de fabrication d'un bol en matériau composite thermostructural, notamment pour une installation de production de silicium monocristallin" | | | | |
| LE(S) DEMANDEUR(S) : SOCIETE NATIONALE D'ETUDE ET DE CONSTRUCTION DE MOTEURS D'AVIATION "S.N.E.C.M.A." | | | | |
| DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages). | | | | |
| Nom | | PHILIPPE | | |
| Prénoms | | Eric | | |
| Adresse | Rue | 20, avenue Victoria | | |
| | Code postal et ville | 33700 | MERIGNAC | France |
| Société d'appartenance (facultatif) | | | | |
| Nom | | GUIRMAN | | |
| Prénoms | | Jean-Michel | | |
| Adresse | Rue | 41, rue du Peyron | | |
| | Code postal et ville | 33130 | BEGLES | France |
| Société d'appartenance (facultatif) | | | | |
| Nom | | | | |
| Prénoms | | | | |
| Adresse | Rue | | | |
| | Code postal et ville | | | |
| Société d'appartenance (facultatif) | | | | |
| DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) | | Jean-Jacques JOLY - CPI n° 92-1123 CABINET BEAU DE LOMENIE Paris, le 24 novembre 1999 | | |
|  | | | | |

DOCUMENT COMPORTANT DES MODIFICATIONS

Un changement apporté à la rédaction des revendications d'origine, sauf si celui-ci découle des dispositions de l'article R.612-36 du code de la Propriété Intellectuelle, est signalé par la mention «R.M.» (revendications modifiées).

5 Domaine de l'invention

L'invention concerne la fabrication de bols en matériau composite thermostructural. Un domaine d'application de l'invention est plus particulièrement la fabrication de bols destinés à recevoir des creusets contenant du métal fondu, tel que du silicium.

10 Par matériau composite thermostructural, on entend un matériau comprenant un renfort fibreux en fibres réfractaires, par exemple en fibres de carbone ou de céramique, densifié par une matrice réfractaire, par exemple en carbone ou en céramique. Les matériaux composites carbone/carbone (C/C) et les matériaux composites à matrice 15 céramique (CMC) sont des exemples de matériaux composites thermostructuraux.

Arrière-plan de l'invention

Un procédé bien connu de production de silicium 20 monocristallin, destiné plus particulièrement à la fabrication de produits semi-conducteurs, consiste à faire fondre du silicium dans un creuset, à mettre en contact avec le bain de silicium liquide un germe de cristal ayant l'arrangement cristallin désiré, pour initier la solidification à partir du silicium contenu dans le creuset, avec l'arrangement cristallin voulu, et à 25 tirer mécaniquement hors du creuset un lingot de silicium monocristallin ainsi obtenu. Ce procédé est connu sous l'appellation procédé Czochralski, ou procédé "CZ".

Le creuset contenant le silicium fondu est habituellement en 30 quartz (SiO_2). Le creuset est placé dans un bol qui est généralement en graphite, étant noté qu'il a été aussi proposé de le réaliser au moins partiellement en matériau composite C/C. Le bol repose par son fond sur un support. A cet effet, le fond du bol doit être usiné, notamment pour former une portée de centrage et une zone d'appui. En outre, dans l'application considérée, les impératifs de très haute pureté impliquent de 35 faire appel à des matières premières pures, à des procédés non polluants et à des procédés de purification à l'état final ou à un état intermédiaire de

fabrication du bol. Pour les produits carbonés (tels que graphite ou composites C/C), des procédés de purification par traitement à haute température (plus de 2000°C) sous atmosphère neutre ou réactive (par exemple halogène) sont connus et utilisés de façon courante.

5 Les pièces en graphite utilisées comme bols sont fragiles. Elles sont souvent réalisées en plusieurs parties (architecture en "pétales") et ne peuvent retenir le silicium fondu en cas de fuite du creuset. Ce problème de sécurité devient de plus en plus critique avec l'augmentation de taille des lingots de silicium tirés, donc l'accroissement de la masse de 10 silicium liquide. Par ailleurs, les bols en graphite ont généralement une faible durée de vie et une épaisseur, donc aussi un encombrement important. L'utilisation de pièces en matériau composite C/C, qui ne présentent pas ces inconvénients et présentent en particulier de meilleures propriétés mécaniques, est préférable.

15 La fabrication d'une pièce en matériau composite C/C ou plus généralement en matériau composite thermostructural, comprend habituellement la réalisation d'une préforme fibreuse ayant une forme correspondant à celle de la pièce à réaliser et constituant le renfort fibreux du matériau composite, et la densification de la préforme par la matrice.

20 Des techniques couramment utilisées pour réaliser des préformes sont le bobinage filamentaire consistant à enrouler des fils sur un mandrin ayant une forme correspondant à celle de la préforme à réaliser, le drapage consistant à superposer des couches ou strates de texture fibreuse bidimensionnelle sur une forme adaptée à la forme de la 25 préforme à réaliser, les strates superposées étant éventuellement liées entre elles par aiguilletage ou par couture, et encore le tissage ou tricotage tridimensionnel.

30 La densification de la préforme peut être réalisée de façon bien connue par voie liquide ou par voie gazeuse. La densification par voie liquide consiste à imprégner la préforme - ou à pré-imprégnier les filaments ou strates qui la constituent - par un précurseur de la matrice, par exemple une résine précurseur de carbone ou de céramique, et à transformer le précurseur par traitement thermique. La densification par voie gazeuse, ou infiltration chimique en phase vapeur, consiste à placer 35 la préforme dans une enceinte et à admettre dans l'enceinte une phase gazeuse précurseur de la matrice. Les conditions notamment de

température et de pression sont ajustées pour permettre à la phase gazeuse de diffuser au sein de la porosité de la préforme et, au contact des fibres, de former sur celles-ci un dépôt du matériau constitutif de la matrice par décomposition d'un constituant de la phase gazeuse ou 5 réaction entre plusieurs constituants.

Dans le cas de pièces ayant une forme relativement complexe, telle que celle d'un bol, une difficulté particulière réside dans la fabrication d'une préforme fibreuse ayant la forme correspondante.

Une autre difficulté réside dans l'obtention d'une densification 10 relativement homogène dans le cas de bols de grandes dimensions. Or, pour l'industrie des semi-conducteurs, il existe un besoin de lingots de silicium de diamètres de plus en plus grands, ce qui impose la fourniture de creusets et bols de support de dimensions adaptées.

15 Objet et résumé de l'invention

L'invention a pour but de proposer un procédé de fabrication d'un bol en matériau composite thermostructural qui permette de surmonter ces difficultés, tout en restant simple et économique.

Conformément à l'invention, le procédé comprend les étapes 20 qui consistent à :

- réaliser une préforme de bol présentant un passage axial au niveau du fond,
- densifier la préforme de bol par infiltration chimique en phase vapeur, et

25 - obturer le passage par un bouchon.

La fabrication du bol comprend ainsi une phase d'infiltration chimique en phase vapeur réalisée sur une préforme munie d'un trou axial. La présence d'un trou axial favorise l'écoulement de la phase gazeuse, ce qui permet une densification homogène, même dans le cas 30 de bols de grandes dimensions.

De préférence, on réalise une préforme de bol rigidifiée ou consolidée, avant la densification par infiltration chimique en phase vapeur. Une préforme de bol consolidée est réalisée par densification partielle d'une structure fibreuse ayant la forme désirée, la densification 35 partielle étant au moins suffisante pour donner à la préforme une tenue lui permettant d'être manipulée. La densification partielle peut être réalisée

par voie liquide, avec imprégnation par une résine précurseur de carbone suivie d'une carbonisation de la résine, ou par voie gazeuse.

La densification de la préforme par infiltration chimique en phase vapeur permet d'obtenir une matrice de carbone qui présente la continuité nécessaire pour éviter une pollution de l'installation de production de silicium monocristallin par des particules issues des fibres ou d'un coke de résine formé sur les fibres pour consolider la préforme. Une matrice de carbone obtenue par infiltration chimique en phase vapeur présente aussi une meilleure tenue à la corrosion au contact du creuset en quartz à température élevée.

Avantageusement, la préforme de bol consolidée est réalisée à partir d'une structure fibreuse formée de fils exempts de traitement de surface, tel que, par exemple, une oxydation ménagée par voie électrochimique ou autre. Les fils sont notamment des fils en carbone. L'absence de traitement de surface, généralement prévu sur les fils du commerce pour apporter des fonctions de surface favorisant la liaison avec les matrices organiques, contribue à une meilleure stabilité dimensionnelle en évitant l'apparition de contraintes internes lors de l'élaboration du matériau composite.

Selon une autre particularité du procédé, il comporte une étape consistant à réaliser une étape finale d'infiltration chimique en phase vapeur après obturation du passage par le bouchon, celui-ci étant de préférence en matériau composite thermostructural. L'étape finale d'infiltration peut comprendre la formation d'une phase de matrice de nature différente de celle précédemment formée lors des étapes de consolidation de la préforme de bol et de densification subséquente. Ainsi, dans le cas d'une préforme densifiée par du carbone, l'étape finale d'infiltration peut consister à déposer une phase de matrice céramique, par exemple en carbure de silicium. Une telle phase externe de matrice apporte un protection du matériau composite vis-à-vis de l'oxydation.

Avantageusement, le bol est soumis à un traitement de purification et stabilisation à haute température, de préférence à une température supérieure à 2200°C. La purification peut être réalisée sous atmosphère de chlore, comme cela est bien connu pour le graphite. Elle permet d'évacuer des impuretés susceptibles de polluer le silicium dans le cas de l'utilisation du bol comme support de creusets contenant du

silicium pour fabriquer des lingots de silicium monocristallin. Le traitement thermique contribue en outre à éviter des variations dimensionnelles lors de la suite du processus de fabrication. Un tel traitement de purification pourrait être réalisé au stade de la préforme de bol consolidée. Dans la 5 mesure où le bouchon d'obturation du fond du bol aura subi également un traitement de purification, la réalisation d'une purification après infiltration chimique en phase vapeur peut ne pas être nécessaire.

Selon un mode de réalisation du procédé, la réalisation de la préforme consolidée comprend la réalisation d'un bobinage filamentaire 10 sur une surface d'un mandrin ayant une forme correspondante à celle d'un bol à réaliser, pour obtenir une préforme de bol, et la formation d'une matrice densifiant partiellement la préforme de bol, pour obtenir ladite préforme de bol consolidée.

Deux préformes consolidées peuvent être réalisées 15 simultanément sur un mandrin ayant une forme correspondant à celle de deux parties de pourtour de bol tête-bêche, en réalisant le bobinage filamentaire sur le mandrin, et en tronçonnant le bobinage réalisé, dans sa partie médiane.

Selon un autre mode de réalisation du procédé, la réalisation 20 de la préforme consolidée comprend le drapage de strates fibreuses sur une forme correspondant à la forme du bol et la liaison des strates drapées entre elles. Les strates drapées peuvent être moulées.

On peut utiliser des strates présentant une découpe telle que 25 les découpes alignées des strates superposées forment le passage axial au niveau du fond, ou des strates pleines, le passage axial étant formé postérieurement au drapage des strates.

Les strates fibreuses peuvent être liées entre elles par aiguilletage ou par couture.

Selon une particularité de ce deuxième mode de réalisation du 30 procédé, on utilise des strates formées de deux nappes unidirectionnelles superposées liées entre elles de manière à former des mailles élémentaires déformables.

Avantageusement, la réalisation de la préforme consolidée 35 comprend le drapage de premières strates fibreuses bidimensionnelles pour réaliser une préforme comprenant une partie de fond et une partie de pourtour et le drapage de secondes strates fibreuses au niveau du

fond afin d'obtenir une partie de fond d'épaisseur plus importante. Cette disposition permet un usinage de la partie de fond, par exemple pour y former une portée de centrage sur une surface d'appui, sans attaquer les strates formant la préforme de la partie de pourtour du bol.

5

Brève description des dessins

L'invention sera mieux comprise à la description plus détaillée faite ci-après en référence aux dessins annexés sur lesquels :

10 - la figure 1 est une demi-vue en coupe très schématique montrant un bol en matériau composite utilisé comme support de creuset dans une installation de production de lingots de silicium ;

- la figure 2 est un diagramme montrant des étapes successives d'un premier mode de mise en oeuvre d'un procédé conforme à l'invention ;

15 - les figures 3A à 3D sont des demi-vues en coupe qui montrent les étapes successives de réalisation d'un bol en matériau composite selon le procédé de la figure 2 ;

- la figure 4 est un diagramme montrant des étapes successives d'un deuxième mode de mise en oeuvre d'un procédé selon 20 l'invention ;

- les figures 5A, 5B et 5C sont des vues illustrant une nappe bidimensionnelle et bidirectionnelle à mailles déformables utilisable avec le procédé de la figure 4 ;

25 - la figure 6 est une vue très schématique d'un dispositif d'aiguilletage en forme pour la mise en oeuvre du procédé de la figure 4 ;

- la figure 7 est une vue très schématique partielle montrant un complément de drapage de strates au niveau d'une partie de fond de bol ; et

30 - la figure 8 est un diagramme montrant des étapes successives d'un troisième mode de mise en oeuvre d'un procédé conforme à l'invention ;

Description détaillée de modes de réalisation

35 Comme déjà indiqué, le domaine d'application de l'invention est plus particulièrement la réalisation de bols en matériau composite

thermostructural pour le support de creusets dans des installations de production de lingots de silicium monocristallin.

La figure 1 montre très schématiquement un tel bol en matériau composite, par exemple en matériau composite C/C, qui supporte un creuset 5, généralement en quartz. Le bol 1 repose sur un support annulaire formé par une bague 2 montée à l'extrémité d'un arbre 3 en formant avec celui-ci un décrochement 4. Le bol a une partie de fond 1a et une partie de pourtour 1b ayant une portion sensiblement cylindrique qui se raccorde à la partie de fond par une portion à profil arrondi. La partie de fond du bol 1 est usinée pour former une portée de centrage correspondant au décrochement 4 et une surface d'appui sur la bague 2.

Après remplissage du creuset par du silicium, l'ensemble est placé dans un four et la température dans le four est portée à une valeur suffisante pour provoquer la liquéfaction du silicium. A cette température, le creuset se ramollit et épouse la forme du bol. Un germe présentant l'arrangement cristallin est ensuite amené au contact du bain de silicium puis extrait lentement en formant une colonne entre le germe et le bain. Un lingot est ainsi tiré à faible vitesse, jusqu'à une longueur pouvant être de 1 à 2 m.

Ce procédé de fabrication de lingots de silicium est bien connu et ne fait pas partie de l'invention, de sorte qu'une description plus détaillée n'est pas nécessaire.

Par leur capacité à conserver des bonnes propriétés mécaniques et une bonne stabilité dimensionnelle aux températures élevées, les matériaux composites thermostructuraux conviennent particulièrement pour la réalisation de bols destinés à cette application.

Dans la description qui suit, on envisage la réalisation de bols en matériaux composites C/C à renfort fibreux en fibres de carbone et matrice en carbone ou au moins essentiellement en carbone. L'invention englobe aussi la réalisation de bols en matériaux composite de type CMC, à renfort fibreux en fibres en céramique (par exemple en fibres SiC) et à matrice également céramique (par exemple également en SiC), les technologies d'élaboration des CMC étant bien connues.

Le renfort fibreux est réalisé à partir de fils tels que disponibles dans le commerce mais exempts de traitement de surface habituellement prévu pour apporter des fonctions de surface favorisant la liaison avec

une matrice organique lorsque ces fils sont utilisés pour former des matériaux composites de type fibres/résine non destinés à des applications à des températures élevées. L'absence de fonctions de surface permet d'éviter des contraintes internes lors du processus de 5 fabrication du matériau composite avec le procédé de l'invention.

Un premier mode de mise en oeuvre d'un procédé de fabrication de bol en matériau composite sera maintenant décrit en référence aux figures 2 et 3A à 3D.

Une première étape 10 du procédé (figure 2) consiste à fournir 10 un mandrin 12 (figure 3A). Celui-ci a une forme correspondant à celle de deux parties de pourtour de bols à réaliser placés tête-bêche. A ses extrémités axiales, le mandrin est complété par des bagues 14 qui présentent un évidement annulaire 16 formé dans leur surface extérieure, à leur périphérie.

15 Le mandrin 12 et les bagues 14 sont par exemple métalliques. L'ensemble est monté et immobilisé axialement sur un axe 18 qui passe à travers des passages centraux des bagues 14 et est relié à un moteur d'entraînement en rotation (non représenté).

Une deuxième étape 20 du procédé consiste à réaliser un 20 bobinage filamentaire sur le mandrin 12.

Le bobinage 22 est réalisé au moyen d'un fil pré-imprégné par un précurseur liquide du carbone, par exemple une résine phénolique. Aux extrémités axiales du mandrin, le bobinage s'étend jusqu'à réaliser un bobinage partiel des bagues 14 au niveau des évidements 16. Le 25 bobinage est poursuivi jusqu'à atteindre l'épaisseur désirée pour les préformes correspondant aux parties de pourtours de bols situées tête-bêche (figure 3B). Les bagues 14 facilitent l'arrêt du bobinage filamentaire aux extrémités axiales de celui-ci. Les bagues 14 pourraient être réalisées d'une seule pièce avec le mandrin 12. Pour éviter une trop grande 30 épaisseur de bobinage au niveau des zones d'extrémité du mandrin où le diamètre décroît relativement fortement, le bobinage peut comporter plusieurs chignons 24', 24", étagés sur des diamètres différents.

Après bobinage, l'ébauche 26 formée par le bobinage 22, et 35 supportée par le mandrin 12, est placée en étuve pour réaliser la polymérisation de la résine phénolique imprégnant le fil de bobinage (étape 30 du procédé).

A l'étage suivante 40, l'ébauche 26 est tronçonnée radialement en son milieu pour obtenir deux demi-coques 28 qui sont retirées du mandrin 12 (figure 3C), chacune présentant un passage axial 30.

Chaque demi-coque 28 est alors traitée thermiquement (étape 5 50) pour réaliser une carbonisation de la résine phénolique et obtenir une préforme de bol consolidée comprenant un passage axial 30 au niveau du fond. La consolidation du bobinage filamentaire consiste en une densification par la matrice carbone issue de la transformation de la résine phénolique. On obtient une préforme partiellement densifiée, c'est-10 à-dire présentant une porosité résiduelle accessible, tout en ayant une tenue suffisante pour être manipulée.

Ensuite, la préforme de bol purifiée est placée dans une enceinte pour subir une étape de densification chimique en phase de vapeur (étape 60 du procédé). La densification est réalisée pour combler 15 au moins partiellement la porosité résiduelle de la préforme consolidée par du carbone pyrolytique. Celui-ci est obtenu de façon bien connue en soi à partir d'une phase gazeuse contenant un hydrocarbure, tel que du méthane ou gaz naturel, constituant le précurseur du carbone.

Plusieurs préformes de bol peuvent être densifiées 20 simultanément à l'intérieur d'une même enceinte. A cet effet, les préformes sont disposées les unes au-dessus des autres, en étant alignées axialement et en ménageant entre elles des intervalles dans lesquels la phase gazeuse peut circuler. Un procédé d'infiltration chimique en phase vapeur avec flux dirigé de la phase gazeuse, tel que décrit dans 25 le brevet US 5 904 957, peut être utilisé.

L'étape 60 d'infiltration chimique en phase vapeur contribue non seulement à compléter la densification de la préforme, mais aussi à former une matrice continue ayant une microstructure contrôlée et capable de bloquer au sein du matériau d'éventuelles particules de 30 carbone des fibres ou grains de coke de résine de consolidation, de sorte qu'une pollution éventuelle par ces particules ou grains lors de l'utilisation du bol est évitée. Par rapport à une matrice carbone obtenue par voie liquide, la matrice carbone obtenue par infiltration chimique en phase vapeur présente en outre une meilleure tenue à la corrosion au contact 35 d'un creuset en quartz à température élevée.

L'étape suivante 70 du procédé consiste à réaliser un usinage dans la partie de fond du bol afin d'y fixer un bouchon 34 pour obturer le passage 30 (figure 3D). Dans l'exemple illustré, le bouchon 34 est réalisé en deux pièces 35, 37 par exemple en matériau composite C/C (étape 80), ayant subi si nécessaire une étape de purification du carbone.

5 La pièce 35 a une forme de coupelle ayant un pourtour en forme de lèvre 35a s'appuyant sur le rebord du passage 30, du côté intérieur du bol tandis que la pièce 37, également en forme de coupelle a un rebord 37a s'appuyant sur le rebord du passage 30 du côté extérieur. La liaison entre

10 les pièces 35 et 37 peut être réalisée par vissage, la pièce 35 présentant une partie centrale en saillie qui est vissée dans un logement de la pièce 37. Les pièces 35 et 37 enserrent le rebord 30a de l'ouverture 30. Les pièces 35 et 37 constitutives du 34 en matériau composite C/C peuvent être réalisées par tout procédé connu. Par exemple, des préformes sont

15 formées par superposition de strates bidimensionnelles en forme de disques en fibres de carbone. Les strates, par exemple en tissu, sont liées entre elles par aiguilletage ou par couture. Une densification par une matrice en carbone est ensuite réalisée par une voie liquide ou par infiltration chimique en phase vapeur.

20 Après montage du bouchon 34 (étape 90), une nouvelle étape finale 100 de densification d'une phase finale de matrice en carbone obtenue par infiltration chimique en phase vapeur peut être réalisée afin de parfaire l'assemblage du bouchon 34 avec la partie de fond de la préforme 28 et compléter la densification de cette dernière. Un bol 36 en

25 matériau composite C/C est alors obtenu prêt à être utilisé, éventuellement après un usinage final de finition de la partie de fond et du bouchon 34.

L'étape suivante 110 du procédé consiste à réaliser une purification du carbone du bol obtenu lorsque, pour l'application envisagée, le bol à réaliser doit être exempt d'impuretés. Il en est ainsi pour des installations de tirage de silicium monocristallin destiné à la fabrication de produits semi-conducteurs, le silicium devant être initialement non contaminé par des impuretés. La purification du carbone peut être obtenue par traitement thermique à une température comprise de préférence entre 2200°C et 3000°C, par exemple égale à environ 2400°C, sous une atmosphère non oxydante, par exemple sous une

atmosphère de chlore, et à une pression de préférence inférieure à 100 kPa, par exemple égale à environ 10 kPa. Un tel traitement thermique sous chlore est bien connu en soi pour la purification du graphite. Ce traitement thermique réalise aussi une stabilisation dimensionnelle de la 5 préforme de bol consolidée. En variante, la purification pourrait être réalisée au stade de la préforme de bol consolidée, après l'étape 50. Dans la mesure où le bouchon 34 aura aussi subi une purification, l'étape finale de purification, après infiltration chimique en phase vapeur, pourra être omise.

10 Dans le cas où le bol est destiné à recevoir un creuset en quartz, il peut être souhaitable de protéger le bol vis-à-vis d'une érosion provoquée par une réaction chimique entre le quartz (SiO_2) et le carbone du bol à la température d'utilisation du creuset. Dans le cas de tirage de silicium monocristallin, le creuset est en effet porté à une température 15 d'environ 1600°C à laquelle le quartz se ramollit, flue en épousant la forme de bol de support, et a tendance à être réactif.

Une protection peut être obtenue en réalisant l'étape finale 100 de densification pour former une phase finale externe de matrice en carbure de silicium (SiC), par infiltration chimique en phase vapeur. De 20 façon bien connue en soi, une phase de matrice SiC peut être obtenue par infiltration chimique en phase vapeur à partir d'une phase gazeuse contenant un précurseur de SiC tel que le MTS (méthyltrichlorosilane).

En variante, une protection du bol peut être réalisée en interposant entre le bol et le creuset un revêtement intercalaire épousant 25 la forme du bol, par exemple un revêtement en composite C/C obtenu par densification d'une préforme fibreuse formée de feutre de carbone.

Bien que l'on ait envisagé ci-avant le bobinage d'une ébauche permettant de réaliser simultanément deux ébauches de bol, il va de soi que les ébauches de bol pourront être fabriquées individuellement.

30 Un deuxième mode de mise en oeuvre d'un procédé selon l'invention sera maintenant décrit en référence aux figures 4 à 7.

Une première étape 101 du procédé consiste à fournir des strates bidimensionnelles déformables aptes à réaliser sans découpes et sans plis une préforme fibreuse de bol par drapage sur une forme.

Un exemple de strates 102 convenant à cet effet est illustré par les figures 5A à 5C. De telles strates sont connues et décrites dans le document WO 98/44182 de la demanderesse.

Chaque strate 102 est formée de deux nappes de fils en carbone unidirectionnelles superposées et liées entre elles de façon à former des mailles élémentaires déformables. On utilise pour les nappes constituant la strate 102 des fils en carbone dépourvus de fonctions de surface. La liaison des deux nappes de fils entre elles peut être obtenue par tricotage ou couture au moyen d'un fil passant d'une face à l'autre de la strate. Dans l'exemple illustré, la liaison des nappes est réalisée par tricotage au moyen d'un fil 106.

Les figures 5A et 5B montrent les faces endroit et envers de la strate 102, tandis que la figure 5C montre de façon détaillée le point de tricot 108 utilisé. Le point 108 forme des boucles 108a entrelacées, allongées dans une direction longitudinale de la strate 102 en formant plusieurs rangées parallèles, et des trajets en V ou en zig-zag 108b qui relient les boucles entre rangées voisines. La strate 102 est située entre les trajets 108b situés sur la face endroit (figure 5A) et les boucles 108a situées sur la face envers (figure 5B), donnant au tricot l'apparence d'un point zig-zag sur une face et d'un point chaînette sur l'autre face. Le point de tricot englobe plusieurs fils de chaque nappe unidirectionnelle selon la jauge choisie pour le dispositif de tricotage.

Les points de liaison entre les trajets 108b en zig-zag et les boucles 108a, tels que les points A,B,C,D de la figure 5C, définissent les sommets de mailles élémentaires déformables. Dans ce cas, sont déformables à la fois les mailles définies par le point tricot et les mailles définies par des points de croisement entre fils des nappes, lesquels points de croisement forment des parallélogrammes déformables.

Le fil de tricot utilisé 106 peut être un fil de carbone, ou un fil en matériau fugitif, c'est-à-dire en un matériau susceptible d'être éliminé par dissolution ou par la chaleur, sans laisser de résidu, à un stade ultérieur de la fabrication du bol composite. Un exemple de fil fugitif est un fil en PVA (alcool polyvinyle) soluble dans l'eau.

A l'étape suivante 111 du procédé, les strates 102 sont drapées sur une forme ayant une forme correspondant à celle du bol à réaliser. Le drapage peut être réalisé manuellement.

Grâce à la déformabilité des mailles des strates 102 et au mode de drapage utilisé, on peut donner aux strates 102 superposées la forme désirée sans formation de plis ou surépaisseurs.

Par rapport à une technique consistant à former des découpes 5 dans des strates bidimensionnelles insuffisamment déformables, par exemple des découpes en forme de pétales, pour leur permettre d'épouser la forme voulue sans plis ou surépaisseurs, l'utilisation des strates 102 à mailles déformables présente les avantages d'une plus grande facilité de drapage et de la préservation de l'intégrité de la 10 structure des strates. Ce dernier point est particulièrement important pour les propriétés mécaniques du bol finalement réalisé.

Les strates 102 sont empilées jusqu'à atteindre l'épaisseur désirée pour la préforme de la partie de pourtour du bol et sont liées entre elles par aiguilletage (étape 120).

15 L'aiguilletage peut être réalisé après le drapage des strates ou au fur et à mesure du drapage, par exemple en aiguillantant chaque nouvelle strate drapée.

On utilise par exemple une installation d'aiguilletage telle que 20 décrite dans le brevet US 5 226 217 de la demanderesse. Comme montré très schématiquement par la figure 6, une telle installation comprend une table 121 supportant une forme 112, un robot 122 avec son unité de commande 124 reliée à une console d'opérateur 126 et une tête d'aiguilletage 128 fixée à l'extrémité du bras 131 du robot 122. Le bras 131 est à son autre extrémité, articulé autour d'un axe vertical sur un 25 support 132 mobile verticalement. Au voisinage de la tête d'aiguilletage, le bras 130 comprend une articulation multiple 134.

La tête d'aiguilletage 128 possède ainsi les degrés de liberté nécessaires pour être amenée dans la position voulue et avec l'orientation voulue pour aiguilleter des strates drapées sur la forme 112 suivant des 30 trajectoires préétablies et une direction d'incidence prédéterminée, généralement normale aux strates.

La forme 112 est munie d'un revêtement d'embase, par exemple un feutre dans lequel les aiguilles de la tête 128 peuvent pénétrer sans dommage.

35 La tête d'aiguilletage 128 est munie d'une plaque d'appui 128a présentant des perforations pour le passage des aiguilles. La plaque

d'appui est rappelée élastiquement pour permettre d'exercer sur les strates en cours d'aiguilletage une pression contrôlée.

La préforme 142 constituée par les strates 102 drapées et aiguilletées est avantageusement complétée par drapage de strates supplémentaires (étape 130) ayant des dimensions limitées à celles de la partie de fond d'un bol à réaliser.

Comme le montre la figure 7, les strates supplémentaires 104, qui peuvent être de même nature que les strates 102, sont drapées sur le fond de la préforme 142 jusqu'à atteindre une épaisseur suffisante pour 10 obtenir une partie de fond de bol pouvant être usinée pour former une face d'appui et une portée de centrage.

Les strates 104 sont liées entre elles et aux strates 102 par aiguilletage. On utilise à cet effet une installation d'aiguilletage telle que décrite ci-avant.

La préforme fibreuse obtenue 144 est ensuite placée dans un moule 146 et imprégnée par un précurseur liquide de carbone (étape 140). L'imprégnation est réalisée par exemple par une résine phénolique.

Après polymérisation de la résine dans le moule, la préforme est retirée du moule et soumise à un traitement thermique pour carboniser 20 la résine (étape 150).

La préforme de bol consolidée 148 ainsi obtenue est usinée pour former un passage axial 152 au niveau du fond (étape 160). On notera que le passage axial peut en variante être formé sur la préforme 144 avant imprégnation par la résine ou immédiatement après 25 polymérisation de la résine. A la place de strates pleines, on pourrait aussi utiliser des strates 102 et 104 présentant des découpes définissant le passage axial 152 dans les strates assemblées.

Des étapes 170 de densification par infiltration chimique en phase vapeur, 180 d'usinage de finition, 190 de réalisation d'un bouchon, 30 200 de mise en place d'un bouchon dans la partie de fond, et 210 de densification finale par infiltration chimique en phase vapeur sont ensuite réalisées, ces étapes étant similaires aux étapes 60, 70, 80, 90 et 100, respectivement, du procédé de la figure 2. Un traitement thermique à haute température de purification et stabilisation dimensionnelle (étape 35 220) est ensuite réalisé, similaire au traitement réalisé à l'étape 60 du

procédé de la figure 2. Un usinage final de finition de la partie de fond peut ensuite être éventuellement réalisé.

L'usinage réalisé à l'étape 180 est effectué sur une partie de fond du bol dont le renfort est formé par les strates 104. Cet usinage est donc réalisé sur une partie à renfort fibreux tridimensionnel et n'affecte pas l'intégrité des strates 102 qui constituent le renfort de la partie de pourtour de bol. Les propriétés mécaniques du bol ne sont donc pas affectées.

Un troisième mode de mise en oeuvre de l'invention est montré par la figure 8. Il ne se distingue de celui de la figure 4 que par la façon de lier entre elles les strates 102 et 104 aux étapes 120' et 130', les autres étapes 101, 111 et 140 à 220 étant identiques.

A l'étape 120', la liaison des strates 102 entre elles est réalisée par couture au moyen d'un fil 202 traversant l'ensemble des strates 102 drapées. Un fil similaire 204 est utilisé à l'étape 130' pour lier les strates 104 entre elles et avec les strates 102, le fil 104 traversant l'ensemble des strates 104 et 102.

Les fils 202 et 204 peuvent être des fils en carbone similaires à ceux utilisés pour former les strates 102 et 104. En variante, on pourra utiliser des fils en matériau fugitif, c'est-à-dire en un matériau susceptible d'être éliminé par dissolution ou par la chaleur à un stade ultérieur d'élaboration du bol.

En variante, on notera qu'il est possible de réaliser une liaison des strates 102 par couture, et une liaison des strates 104 entre elles et avec les strates 102 par aiguilletage, comme à l'étape 130 de la figure 4.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'un bol en matériau composite thermostructural formé d'un renfort fibreux densifié par une matrice, 5 caractérisé en ce qu'il comprend les étapes qui consistent à :
 - réaliser une préforme de bol présentant un passage axial au niveau du fond,
 - densifier la préforme de bol par infiltration chimique en phase vapeur, et
- 10 - obturer le passage par un bouchon.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on réalise une préforme de bol consolidée avant infiltration chimique en phase vapeur.
- 15 3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la préforme de bol est consolidée par imprégnation d'une structure fibreuse par un précurseur dudit matériau constitutif de la matrice et transformation du précurseur par traitement thermique.
- 20 4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que la préforme de bol est consolidée par imprégnation de la structure fibreuse par un précurseur de carbone et transformation du précurseur.
5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que le précurseur de carbone est choisi parmi les résines phénoliques, furaniques, époxy et polyimides.
- 25 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la préforme de bol est réalisée à partir d'une structure fibreuse formée de fils dépourvus de fonctions de surface.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la préforme de bol est réalisée à partir d'une structure fibreuse formée de fils en carbone.
- 30 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que le bol est soumis à un traitement de purification et stabilisation à haute température.
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'un traitement de purification et stabilisation à haute 35 température est réalisé à un stade de préforme de bol consolidée.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 8 et 9, caractérisé en ce que le traitement de purification et stabilisation est réalisé à une température supérieure à 2200°C.
11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, 5 caractérisé en ce que la densification de la préforme de bol est réalisée par formation d'une matrice en carbone.
12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que le bouchon est réalisé en deux parties assemblées l'une à l'autre en enserrant le rebord du passage axial de la préforme.
- 10 13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisé en ce que le passage est obturé par un bouchon en matériau composite thermostructural.
14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisé en ce qu'il comporte une étape consistant à réaliser une étape 15 finale d'infiltration chimique en phase vapeur après obturation du passage par le bouchon.
15. Procédé selon la revendication 14, caractérisé en ce que l'étape finale d'infiltration chimique en phase vapeur comprend la formation d'une phase de matrice céramique.
- 20 16. Procédé selon la revendication 15, caractérisé en ce que la phase de matrice céramique est en carbure de silicium.
17. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, caractérisé en ce que la préforme de bol est réalisée par bobinage d'un fil imprégné par un précurseur dudit matériau constitutif de la matrice.
- 25 18. Procédé selon la revendication 17, caractérisé en ce que l'on réalise simultanément deux préformes consolidées, en réalisant le bobinage sur un mandrin ayant une forme correspondant à celle de deux parties de pourtour de bol tête-bêche, et en tronçonnant le bobinage réalisé, dans sa partie médiane.
- 30 19. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, caractérisé en ce que la réalisation de la préforme consolidée comprend le drapage de strates fibreuses bidimensionnelles sur une forme correspondant à la forme du bol et la liaison des strates drapées entre elles.

20. Procédé selon la revendication 19, caractérisé en ce que l'on imprègne les strates fibreuses drapées par un précurseur dudit matériau constitutif de la matrice.

5 21. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 et 20, caractérisé en ce que les strates fibreuses drapées et imprégnées sont moulées.

22. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 21, caractérisé en ce que le passage axial est formé postérieurement au drapage des strates fibreuses.

10 23. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 22, caractérisé en ce que la réalisation de la préforme consolidée comprend le drapage de premières strates fibreuses bidimensionnelles pour réaliser une préforme comprenant une partie de fond et une partie de pourtour et le drapage de secondes strates fibreuses au niveau du fond afin d'obtenir une partie de fond d'épaisseur plus grande.

15 24. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 23, caractérisé en ce que les strates drapées sont liées entre elles par aiguilletage.

20 25. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 23, caractérisé en ce que les strates drapées sont liées entre elles par couture.

25 26. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 25, caractérisé en ce que l'on utilise des strates bidirectionnelles à mailles déformables.

27. Procédé selon la revendication 26, caractérisé en ce que l'on utilise des strates formées de deux nappes unidirectionnelles superposées liées entre elles de manière à former des mailles élémentaires déformables.

30 28. Procédé selon la revendication 27, caractérisé en ce que l'on utilise des strates formées de deux nappes unidirectionnelles dont les directions forment entre elles un angle sensiblement égal à 60°.

29. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 28, caractérisé en ce que plusieurs préformes de bol consolidées sont densifiées simultanément par infiltration chimique en phase vapeur.

température et de pression sont ajustées pour permettre à la phase gazeuse de diffuser au sein de la porosité de la préforme et, au contact des fibres, de former sur celles-ci un dépôt du matériau constitutif de la matrice par décomposition d'un constituant de la phase gazeuse ou réaction entre 5 plusieurs constituants.

Dans le cas de pièces ayant une forme relativement complexe, telle que celle d'un bol, une difficulté particulière réside dans la fabrication d'une préforme fibreuse ayant la forme correspondante.

Une autre difficulté réside dans l'obtention d'une densification 10 relativement homogène dans le cas de bols de grandes dimensions. Or, pour l'industrie des semi-conducteurs, il existe un besoin de lingots de silicium de diamètres de plus en plus grands, ce qui impose la fourniture de creusets et bols de support de dimensions adaptées.

15 Objet et résumé de l'invention

L'invention a pour but de proposer un procédé de fabrication d'un bol en matériau composite thermostructural qui permette de surmonter ces difficultés, tout en restant simple et économique.

Conformément à l'invention, le procédé comprend les étapes qui 20 consistent à :

- réaliser une préforme de bol présentant un passage axial au niveau du fond,
- densifier la préforme de bol par infiltration chimique en phase vapeur, et

25 - obturer le passage par un bouchon.

La fabrication du bol comprend ainsi une phase d'infiltration chimique en phase vapeur réalisée sur une préforme munie d'un trou axial. La présence d'un trou axial favorise l'écoulement de la phase gazeuse, ce qui permet une densification homogène, même dans le cas de bols de 30 grandes dimensions.

De préférence, on réalise une préforme de bol rigidifiée ou consolidée, avant la densification par infiltration chimique en phase vapeur. Une préforme de bol consolidée est réalisée par densification partielle d'une structure fibreuse ayant la forme désirée, la densification partielle étant au 35 moins suffisante pour donner à la préforme une tenue lui permettant d'être manipulée. La densification partielle peut être réalisée par voie liquide, avec imprégnation par un précurseur du matériau constitutif de la matrice du

matériau composite et transformation du précurseur par traitement thermique, ou par voie gazeuse.

La préforme peut être consolidée par imprégnation par un précurseur de carbone, par exemple choisi parmi les résines phénoliques, furaniques, époxy et polyimides, et transformation du précurseur.

La densification de la préforme par infiltration chimique en phase vapeur permet d'obtenir une matrice de carbone qui présente la continuité nécessaire pour éviter une pollution de l'installation de production de silicium monocristallin par des particules issues des fibres ou d'un coke de résine formé sur les fibres pour consolider la préforme. Une matrice de carbone obtenue par infiltration chimique en phase vapeur présente aussi une meilleure tenue à la corrosion au contact du creuset en quartz à température élevée.

Avantageusement, la préforme de bol consolidée est réalisée à partir d'une structure fibreuse formée de fils exempts de traitement de surface, tel que, par exemple, une oxydation ménagée par voie électrochimique ou autre. Les fils sont notamment des fils en carbone. L'absence de traitement de surface, généralement prévu sur les fils du commerce pour apporter des fonctions de surface favorisant la liaison avec les matrices organiques, contribue à une meilleure stabilité dimensionnelle en évitant l'apparition de contraintes internes lors de l'élaboration du matériau composite.

Selon une autre particularité du procédé, il comporte une étape consistant à réaliser une étape finale d'infiltration chimique en phase vapeur après obturation du passage par le bouchon, celui-ci étant de préférence en matériau composite thermostructural. L'étape finale d'infiltration peut comprendre la formation d'une phase de matrice de nature différente de celle précédemment formée lors des étapes de consolidation de la préforme de bol et de densification subséquente. Ainsi, dans le cas d'une préforme densifiée par du carbone, l'étape finale d'infiltration peut consister à déposer une phase de matrice céramique, par exemple en carbure de silicium. Une telle phase externe de matrice apporte une protection du matériau composite vis-à-vis de l'oxydation.

Avantageusement, le bol est soumis à un traitement de purification et stabilisation à haute température, de préférence à une température supérieure à 2200°C. La purification peut être réalisée sous atmosphère de chlore, comme cela est bien connu pour le graphite. Elle

permet d'évacuer des impuretés susceptibles de polluer le silicium dans le cas de l'utilisation du bol comme support de creusets contenant du silicium pour fabriquer des lingots de silicium monocristallin. Le traitement thermique contribue en outre à éviter des variations dimensionnelles lors de la suite du processus de fabrication. Un tel traitement de purification pourrait être réalisé au stade de la préforme de bol consolidée. Dans la mesure où le bouchon d'obturation du fond du bol aura subi également un traitement de purification, la réalisation d'une purification après infiltration chimique en phase vapeur peut ne pas être nécessaire.

10 Selon un mode de réalisation du procédé, la réalisation de la préforme consolidée comprend la réalisation d'un bobinage filamentaire sur une surface d'un mandrin ayant une forme correspondante à celle d'un bol à réaliser, pour obtenir une préforme de bol, et la formation d'une matrice densifiant partiellement la préforme de bol, pour obtenir ladite préforme de bol consolidée.

15 Deux préformes consolidées peuvent être réalisées simultanément sur un mandrin ayant une forme correspondant à celle de deux parties de pourtour de bol tête-bêche, en réalisant le bobinage filamentaire sur le mandrin, et en tronçonnant le bobinage réalisé, dans sa partie médiane.

20 Selon un autre mode de réalisation du procédé, la réalisation de la préforme consolidée comprend le drapage de strates fibreuses sur une forme correspondant à la forme du bol et la liaison des strates drapées entre elles. Les strates drapées peuvent être imprégnées par un précurseur du matériau constitutif de la matrice du matériau composite, puis être moulées.

25 On peut utiliser des strates présentant une découpe telle que les découpes alignées des strates superposées forment le passage axial au niveau du fond, ou des strates pleines, le passage axial étant formé postérieurement au drapage des strates.

30 Les strates fibreuses peuvent être liées entre elles par aiguilletage ou par couture.

35 Selon une particularité de ce deuxième mode de réalisation du procédé, on utilise des strates formées de deux nappes unidirectionnelles superposées, formant par exemple un angle sensiblement égal à 60°, et liées entre elles de manière à former des mailles élémentaires déformables.

Avantageusement, la réalisation de la préforme consolidée comprend le drapage de premières strates fibreuses bidimensionnelles pour réaliser une préforme comprenant une partie de fond et une partie de pourtour et le drapage de secondes strates fibreuses au niveau du fond afin d'obtenir une partie de fond d'épaisseur plus importante. Cette disposition permet un usinage de la partie de fond, par exemple pour y former une portée de centrage sur une surface d'appui, sans attaquer les strates formant la préforme de la partie de pourtour du bol.

10 Brève description des dessins

L'invention sera mieux comprise à la description plus détaillée faite ci-après en référence aux dessins annexés sur lesquels :

- la figure 1 est une demi-vue en coupe très schématique montrant un bol en matériau composite utilisé comme support de creuset dans une installation de production de lingots de silicium ;

- la figure 2 est un diagramme montrant des étapes successives d'un premier mode de mise en oeuvre d'un procédé conforme à l'invention ;

- les figures 3A à 3D sont des demi-vues en coupe qui montrent les étapes successives de réalisation d'un bol en matériau composite selon le procédé de la figure 2 :

la figure 4 est

la figure 7 est un diagramme montrant des étapes successives d'un deuxième mode de mise en oeuvre d'un procédé selon l'invention ;

- les figures 3A, 3B et 3C sont des vues illustrant une nappe bidimensionnelle et bidirectionnelle à mailles déformables utilisable avec le procédé de la figure 4 ;

- la figure 9

d'aiguillettement en forme pour la mise en oeuvre du procédé de la figure 4 ; la figure 7 est une vue très schématique partielle montrant un

La figure 8 est un diagramme montrant des étapes successives

30 - la figure 6 est un diagramme montrant des étapes successives d'un troisième mode de mise en oeuvre d'un procédé conforme à l'invention.

Description détaillée de modes de réalisation

35 Comme déjà indiqué, le domaine d'application de l'invention est plus particulièrement la réalisation de bols en matériau composite

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'un bol en matériau composite thermostructural formé d'un renfort fibreux densifié par une matrice, 5 caractérisé en ce qu'il comprend les étapes qui consistent à :
 - réaliser une préforme de bol (28 ; 148) présentant un passage axial (30 ; 152) au niveau du fond,
 - densifier la préforme de bol par infiltration chimique en phase vapeur, et
- 10 - obturer le passage par un bouchon (34).
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on réalise une préforme de bol consolidée avant infiltration chimique en phase vapeur.
3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, 15 caractérisé en ce que la préforme de bol (28 ; 148) est consolidée par imprégnation d'une structure fibreuse par un précurseur dudit matériau constitutif de la matrice et transformation du précurseur par traitement thermique.
- 20 4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que la préforme de bol (28 ; 148) est consolidée par imprégnation de la structure fibreuse par un précurseur de carbone et transformation du précurseur.
5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que le précurseur de carbone est choisi parmi les résines phénoliques, furaniques, époxy et polyimides.
- 25 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la préforme de bol est réalisée à partir d'une structure fibreuse (22 ; 144) formée de fils exempts de traitement de surface apportant des fonctions de surface.
- 30 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la préforme de bol est réalisée à partir d'une structure fibreuse (22 ; 144) formée de fils en carbone.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que le bol est soumis à un traitement de purification et stabilisation à haute température.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'un traitement de purification et stabilisation à haute température est réalisé à un stade de préforme de bol consolidée.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 8 et 9, 5 caractérisé en ce que le traitement de purification et stabilisation est réalisé à une température supérieure à 2200°C.

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que la densification de la préforme de bol est réalisée par formation d'une matrice en carbone.

10 12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que le bouchon (34) est réalisé en deux parties (35,37) assemblées l'une à l'autre en enserrant le rebord du passage axial de la préforme.

13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, 15 caractérisé en ce que le passage (30) est obturé par un bouchon (34) en matériau composite thermostructural.

14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisé en ce qu'il comporte une étape consistant à réaliser une étape finale d'infiltration chimique en phase vapeur après obturation du passage 20 (30) par le bouchon (34).

15. Procédé selon la revendication 14, caractérisé en ce que l'étape finale d'infiltration chimique en phase vapeur comprend la formation d'une phase de matrice céramique.

16. Procédé selon la revendication 15, caractérisé en ce que la 25 phase de matrice céramique est en carbure de silicium.

17. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, caractérisé en ce que la préforme de bol est réalisée par bobinage d'un fil imprégné par un précurseur dudit matériau constitutif de la matrice.

18. Procédé selon la revendication 17, caractérisé en ce que 30 l'on réalise simultanément deux préformes consolidées, en réalisant le bobinage sur un mandrin (12) ayant une forme correspondant à celle de deux parties de pourtour de bol tête-bêche, et en tronçonnant le bobinage réalisé (22), dans sa partie médiane.

19. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 16, 35 caractérisé en ce que la réalisation de la préforme consolidée comprend le drapage de strates fibreuses bidimensionnelles (102,104) sur une

forme (112) correspondant à la forme du bol et la liaison des strates drapées entre elles.

20. Procédé selon la revendication 19, caractérisé en ce que l'on imprègne les strates fibreuses drapées (102,104) par un précurseur 5 dudit matériau constitutif de la matrice.

21. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 et 20, caractérisé en ce que les strates fibreuses (102,104) drapées et imprégnées sont moulées.

22. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 10 21, caractérisé en ce que le passage axial (152) est formé postérieurement au drapage des strates fibreuses.

23. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 15 22, caractérisé en ce que la réalisation de la préforme consolidée comprend le drapage de premières strates fibreuses bidimensionnelles (102) pour réaliser une préforme comprenant une partie de fond et une partie de pourtour et le drapage de secondes strates fibreuses (104) au niveau du fond afin d'obtenir une partie de fond d'épaisseur plus grande.

24. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 20 23, caractérisé en ce que les strates drapées sont liées entre elles par aiguilletage.

25. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 23, caractérisé en ce que les strates drapées sont liées entre elles par couture.

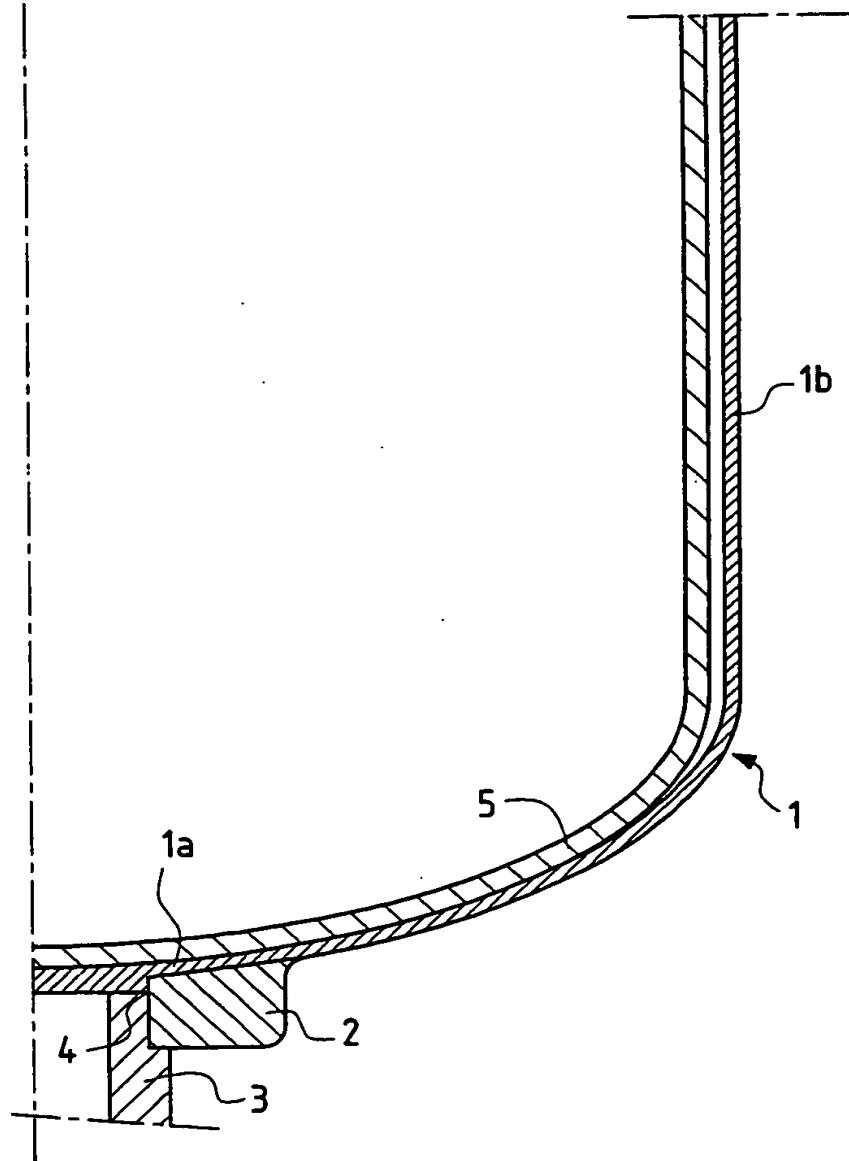
26. Procédé selon l'une quelconque des revendications 19 à 25, caractérisé en ce que l'on utilise des strates bidirectionnelles (102) à mailles déformables.

27. Procédé selon la revendication 26, caractérisé en ce que l'on utilise des strates (102) formées de deux nappes unidirectionnelles superposées liées entre elles de manière à former des mailles élémentaires déformables.

28. Procédé selon la revendication 27, caractérisé en ce que l'on utilise des strates formées de deux nappes unidirectionnelles dont les directions forment entre elles un angle sensiblement égal à 60°.

29. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 28, 35 caractérisé en ce que plusieurs préformes de bol consolidées sont densifiées simultanément par infiltration chimique en phase vapeur.

FIG.1



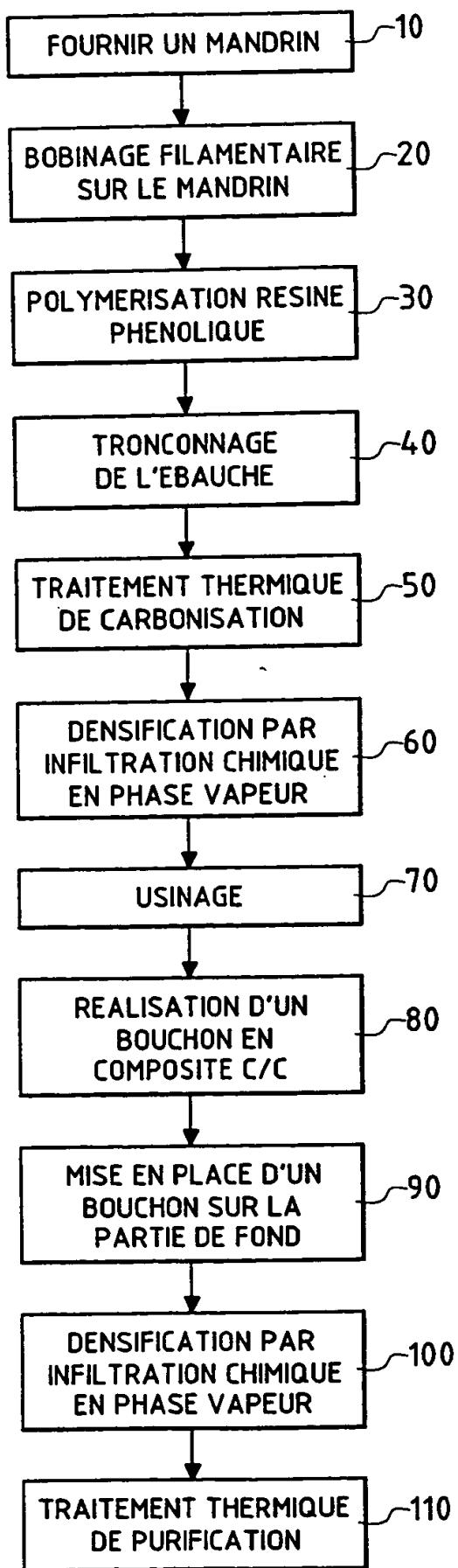


FIG.2

3/7

FIG.3A

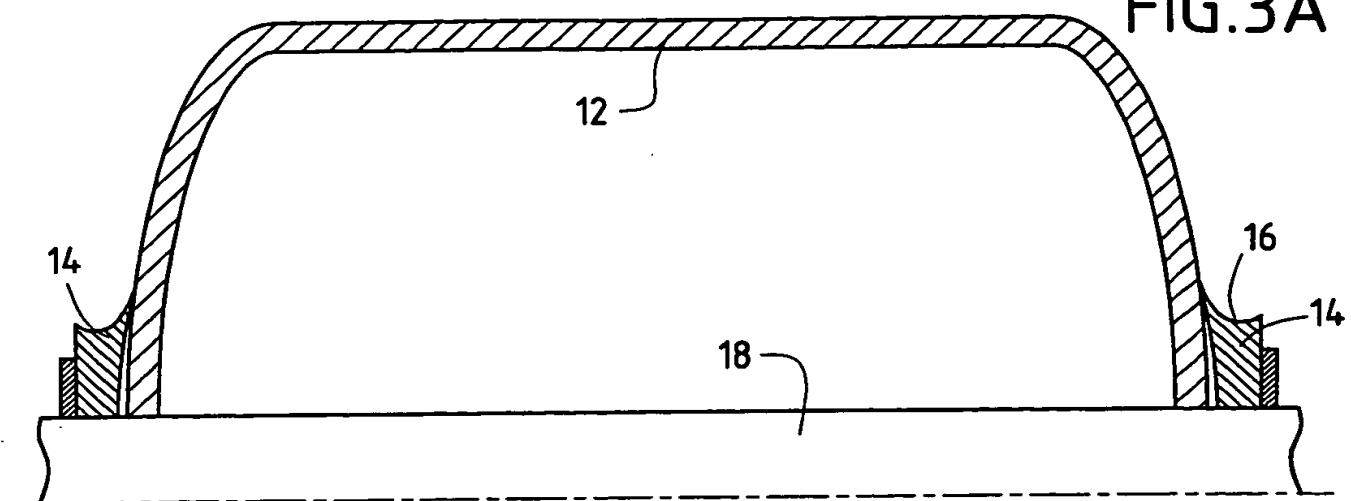
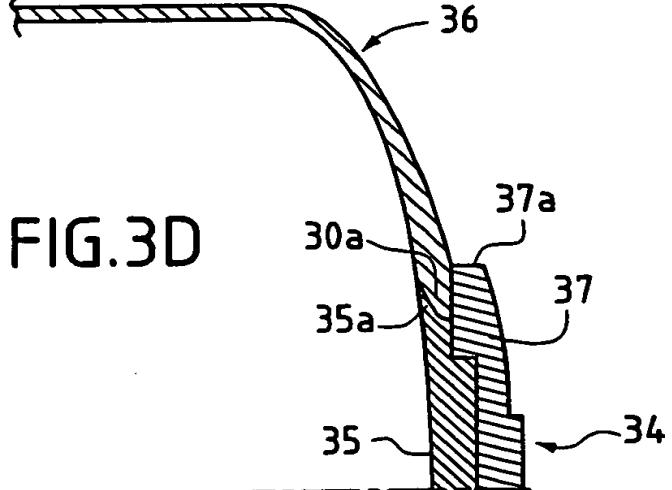
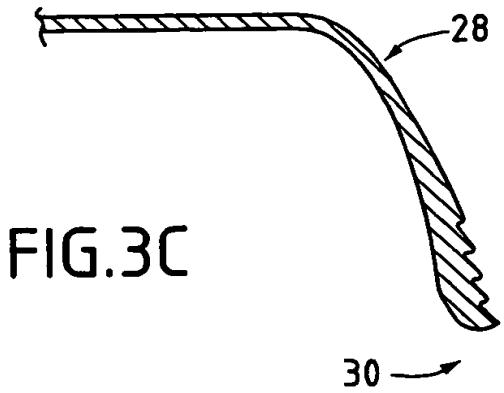
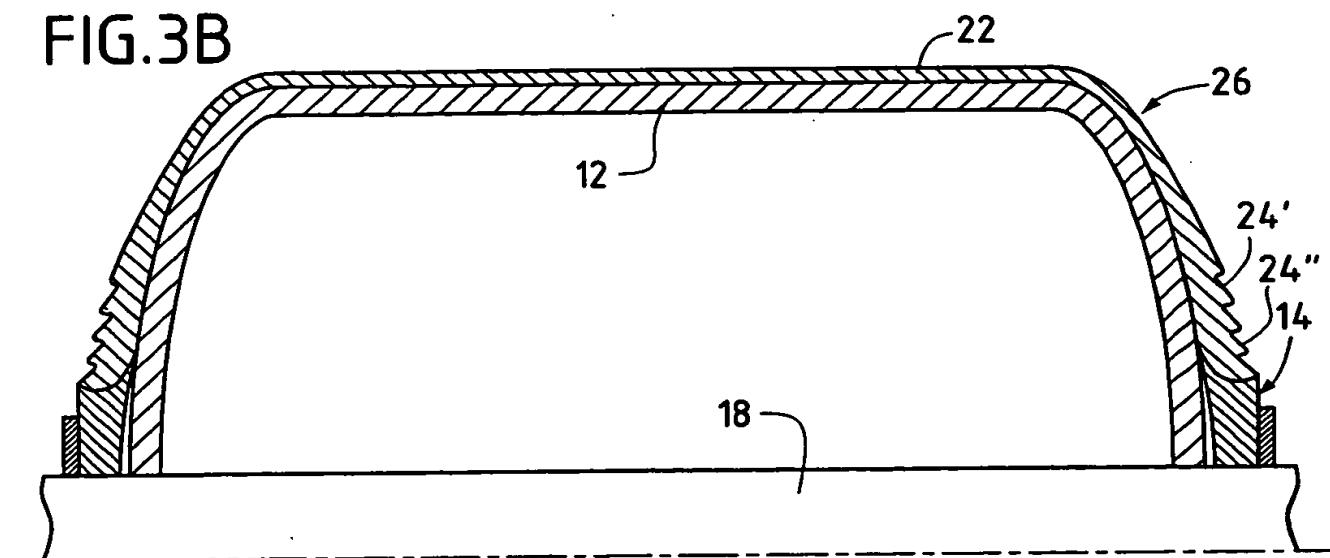
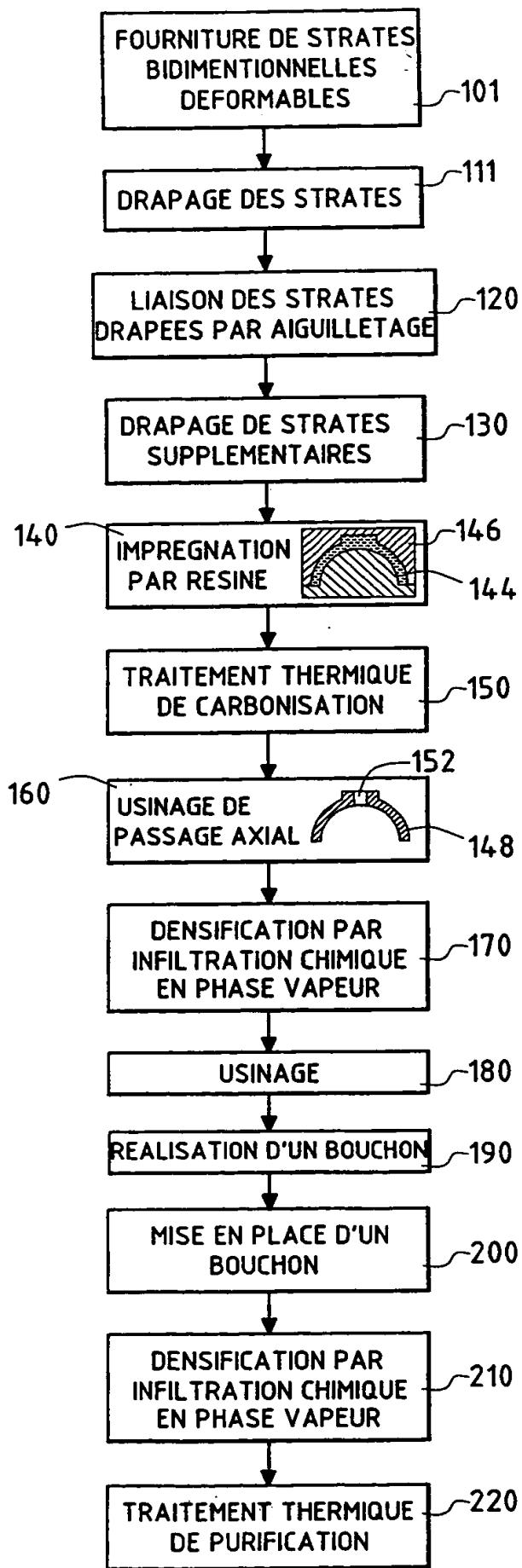


FIG.3B





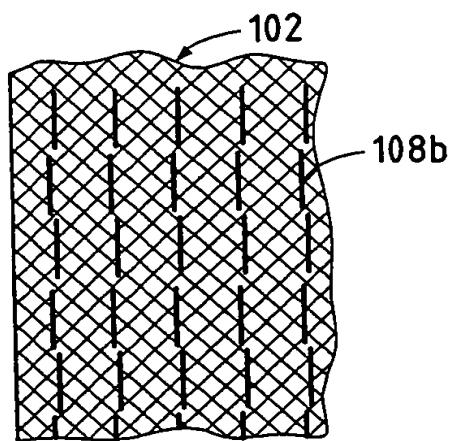


FIG.5A

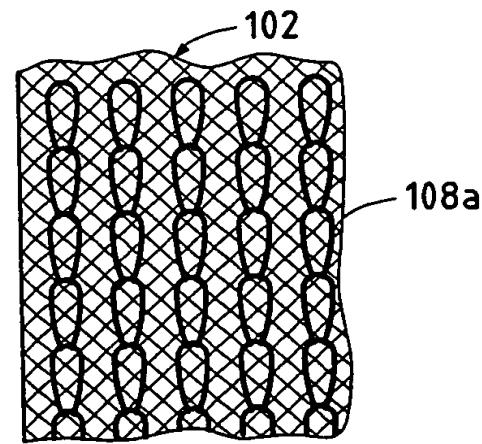


FIG.5B

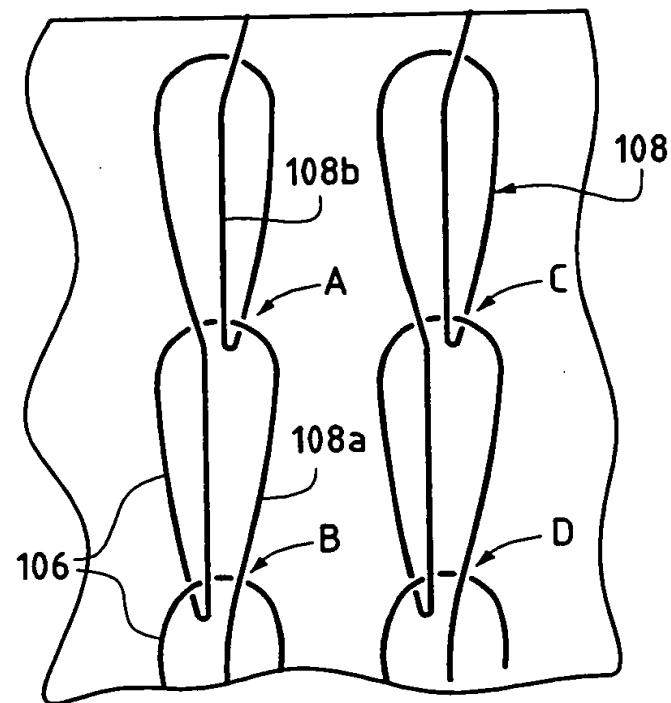


FIG.5C

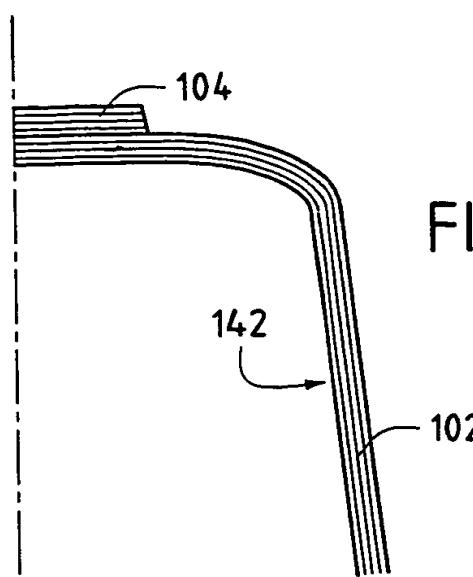


FIG. 7

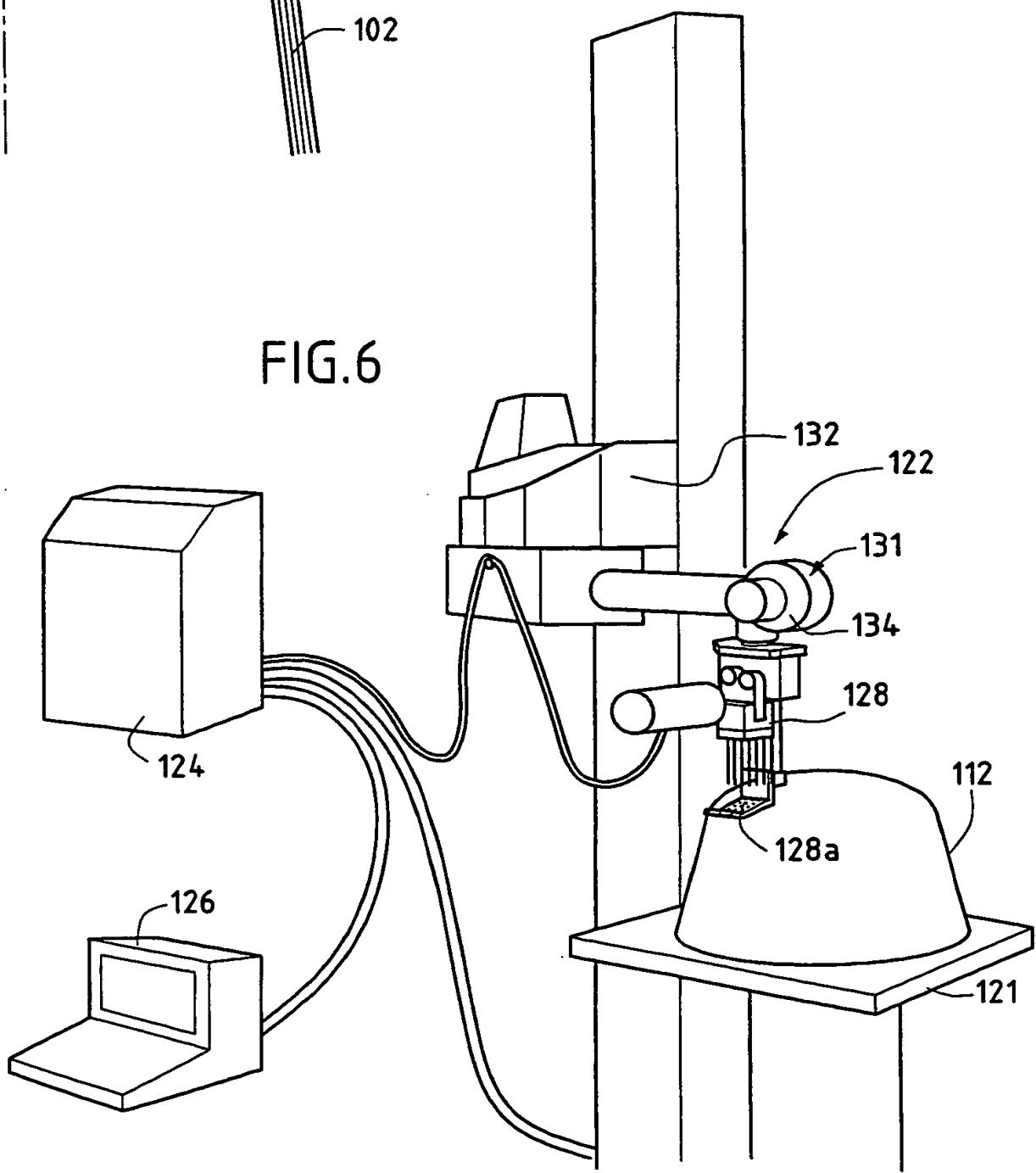


FIG. 6

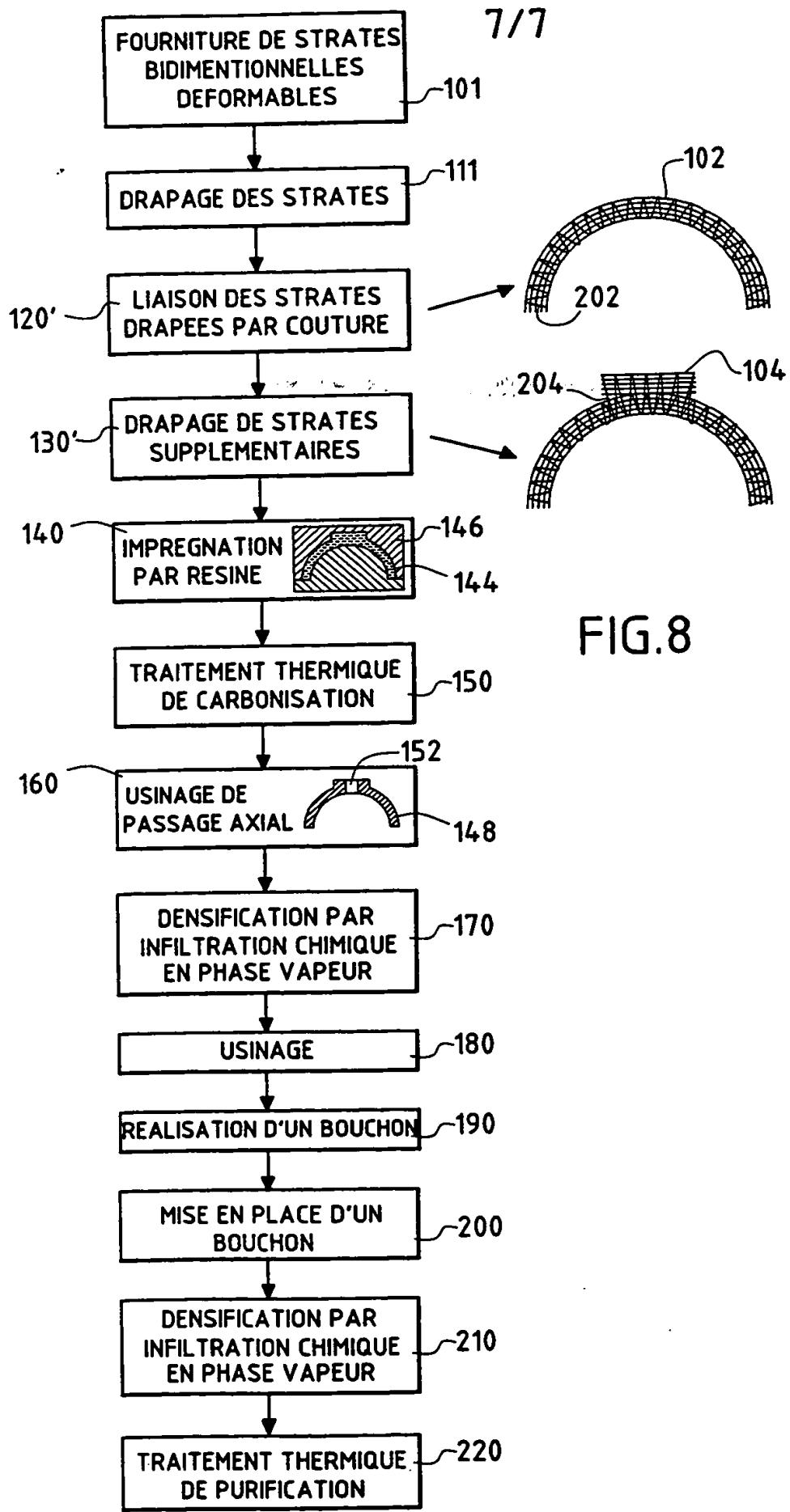


FIG.8

THIS PAGE BLANK (USPTO)